# MIXTURE OF PARTIALLY ESTERIFIED PENTAERYTHRITOL OLIGOMER, MANUFACTURE AND USE

Publication number: JP60239440 (A)
Publication date: 1985-11-28

Inventor(s): RICHIYAADO JIEI NADORUSUKII; DOMINITSUKU

FURIDETSURA, JIYOSEFU EMU RARIA \*

Applicant(s): MIRANORU CHEM CO INC +

Classification:

- international: A61K8/30; A61K8/31; A61K8/36; A61K8/37; A61K8/39;

C07C69/003; C07C69/58; C09K15/06; C10M129/76;

C10N30/06; C10N30/12; (IPC1-7): A61K7/00; C07C69/003;

C09K15/06; C10M129/76; C10N30/06; C10N30/12

- European: C07C69/003<sup>IDT</sup>; C07C69/58<sup>IDT</sup>
Application number: JP19850016359 19850130
Priority number(s): US19840607694 19840507

Abstract not available for JP 60239440 (A)

Abstract of corresponding document: EP 0163806 (A1)

A novel mixture of oligomers obtained of the formula <CHEM> wherein R is a normal saturated or unsaturated alkyl group of 5 to 17 carbon atoms, X is hydrogen or RC(O), with the proviso that at least one of the X groups is hydrogen and the average value of m is 0 to 5 may be prepared by partial as esterification of pentaerythritol with a fatty acid, followed by acid-catalyzed condensation. Products wherein the average value of m is 1 found use as moisturizes and emollients in cosmetics. Product wherein m is of higher values are of use as lubricants.

Chara Chara

CHUON

Also published as:

EP0163806 (A1)

EP0163806 (B1)

Cited documents:

JP54106415 (A) JP52113916 (A)

Data supplied from the aspace of database.

Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

#### ⑩日本国特許庁(JP)

の特許出願公開

## ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭60-239440

@Int\_Cl.4

識別記号

庁内整理番号

**四公開** 昭和60年(1985)11月28日

C 07 C 69/003 A 61 K 7/00 6556-4H 7306-4C \*\*

審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

49発明の名称

部分的にエステル化したペンタエリスリトール・オリゴマーの混合

物、その製造方法及び用途

②特 顧 昭60-16359

②出 願 昭60(1985)1月30日

優先権主張

者

201984年5月7日30米国(US)30607694

砂発 明 者

72発

リチヤード・ジエイ・

アメリカ合衆国ニユージャージー州クラークスパーグ,パ

ナドルスキー

イント・アイランド・スプリング・ロード(番地なし)

ドミニツク・フリデツ

アメリカ合衆国ニユージャージー州クラーク, ホウイツタ

ラ

ー・ロード 40

⑪出 願 人 ミラノル・ケミカル・

アメリカ合衆国ニユージヤージー州デイトン,カルヴア

ー・ロード 68

カンパニー・インコー

ポレーテツド

外5名

砂代 理 人 最終頁に続く 弁理士 湯茂 恭三 外5

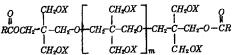
明細書の浄書(内容に変更なし)

1. 〔発明の名称〕

部分的にエステル化したペンタエリスリトール・オリゴマーの混合物、その製造方法及び 用途

2.〔特許請求の範囲〕

1) 次の一般式:



(式中、Rは炭素数  $5\sim1$  7 の直鎖飽和または不飽和アルキル基を表し、Xは水素またはRC(O)を表すが、X基の少なくとも 1 個は水素を表し、mの、平均値は  $0\sim5$  である)

で表されるオリゴマー混合物。

- 2) πの平均値が1である特許請求の範囲第1項 記載のオリゴマー混合物。
- 3) πの平均値が3~5であり、X基が水素である特許請求の範囲第2項記載のオリゴマー混合物。
  - 4) Rが炭素数12~16の直鎖飽和または不飽

和アルキル基である特許請求の範囲第1項から第 3項までのいずれかに記載のオリコマー混合物。

- 5) RCO がラウロイル、ミリストイル、パルミトイル、ステアロイルまたはオレオイル基である特許請求の範囲第4項記載のオリゴマー混合物。
- 6) 炭素数6~18の直鎖飽和または不飽和脂肪酸 0.5~2.5 モルによつてペンタエリスリトールをエステル化し、得られた部分エステル生成物に酸肿媒縮合を行つて、ペンタエリスリトール1モルにつき 0.5~0.85 モルの水を抽出することから成る、特許請求の範囲第1項記載のオリゴマー牛成物の製造方法。
- 7) ペンタエリスリトール1モルにつき0.66モルの水を抽出するように縮合を行う特許請求の範囲第6項記載の方法。
- 8) ペンタエリスリトール1モルにつき、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸及びこれらの混合物から成る群から選択した酸1~2モルを用いて部分エステル化を行う特許請求の範囲第6項または第1項記載の

方法。

9) 特許請求の範囲第1項から第5項に定義されたような部分エステル化ペンタエリスリトール・オリゴマー混合物の水分調節または皮膚軟化有効量を含有する、皮膚への局部使用に適した組成物。 10) コスメテイツク用として受容され得る乳化剤をさらに含有する特許請求の範囲第9項記載の組成物。

11) 該乳化剤を脂肪酸のアミン塩、脂肪酸とクリセリンのモノエステル、任意にポリアルコキシル化した炭素数12~20の脂肪族アルコール、及び炭素数12~20の脂肪酸のポリアルコキシル化エステルから成る群から選択する特許請求の範囲第10項記載の組成物。

2) 該部分エステル化ペンタエリスリトール・オリゴマー混合物が、ペンタエリスリトールのヒドロキシル基の 0.5~25個をラウリン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸、パルミチン酸及びオレイン酸から成る群から選択した脂肪酸によつてエステル化したエステルである特許請求の範囲第11

項記載の組成物。

13) さらに皮膚軟化剤を含有する特許請求の範囲 第12項記載の組成物。

14) アセチル化ラノリンアルコール、イソプロピルミリステート、イソプロピルパルミテート及び鉱油から成る群から選択した皮膚軟化剤をさらに含有する特許請求の範囲第10項記載の組成物。 3.(発明の詳細な説明)

本発明は一部エステル化したペンタエリスリトールのオリゴマー、その製造法ならびにコスメティック及び化粧道具への利用ならびに潤滑剤及び 防食剤としての利用に関係する。

ポリペンタエリスリトールのエステル類はかなり以前から公知である。例えば、米国特許第 2.6 8 6,7 6 6 号(Silverstein 等、1954年8月17日発行)は、脂肪酸で一部エステル化したトリペンタエリスリトールの、合成ゴムラテンクスペースの水性エマルジョン塗料への消泡剤としての用途を述べている。塩基存在下でのトリペンタエリスリトールとラウリン酸メチルとの反応に

よつて代表的な生成物が得られる。

米国特許第 2,9 5 8,7 0 6号(Hurwitz 等、1960年11月1日発行)は、ペンタエリスリトールと炭素数 4 - 8 の脂肪酸の混合物の実際に完全なエステル化を説明している。生成物は 5 以下のヒトロキシル値を有し、ポリ塩化ビニルの可塑化に有効である。

米国特許第 2,9 7 5,1 5 2 号 (Hurwitz 等、1 9 6 1 年 1 1 月 1 日発行)は、ポリ塩化ビニル用の可塑剤を製造するためのペンタエリスリトールとポリペンタエリスリトールのエステル化を説明している。

米国特許第 4,4 2 1,5 6 5 号 ( Di Bella,

1983年12月20日発行)は、ペンタエリスリトール類の混合物と炭素数20~22の脂肪酸の反応によつて得られるチキソトロピー剤を説明している。また、主としてC20酸とC22酸から成るが10%以下のC18 酸をも含有する市販の脂肪酸混合物「ペヘン酸」を酸として用いる可能性にも言及している。

1984年1月30日出願の、共通に譲渡された同時係属出願、第574,927号には、トリペンタエリスリトールと脂肪酸の部分エステルが述べられている。これらの生成物は軟かい固体であり、水分調節性と皮膚軟化性を有し、トイレットリー及びコスメティックに有用である。

ペンタエリスリトール1モルにつき脂肪酸 0.5 ~ 2.5 を用いるペンタエリスリトールの酸触媒エステル化では、ペンタエリスリトールの部分エステルを形成するために必要な水量が除去された後に、エステル化に用いた同じ条件下で、さらに水の脱離が容易に生ずる。このさらに進んだ反応によつて明らかにペンタエリスリトールの部分エステルのオリゴマーである新規な縮合生成物が得られる。

これらの生成物は、一定の脂肪酸がペンタエリスリトール含有量に対して一定の比で反応する点及びここに述べるオリゴマー生成物がペンタエリスリトールに由来するオリゴマーよりも液状である点において、ペンタエリスリトールのエステル

化によって得られるオリゴマー(1984年1月 30日出願の同時係属出願第574,927号に述べられている)とは異なる。理論によつて関連づけることを望まないならば、この相違に対する可能な説明は、本発明の場合に製造される生成物が単独のオリゴマーというよりもむしろオリゴマーの混合物であるという事実及びエステル基の分布が本発明の場合にはペンタエリスリトールから製造した生成物におけるよりもランダムであるという事実にあると考えられる。

本発明は最初の態様から、ペンタエリスリトール1モルにつき炭素数6~18、例えば炭素数12~16の飽和20で不飽和脂肪酸0.5モルから2.5モルによつてエステル化されたペンタエリスリトールのオリゴマー混合物であつて、オリゴマー鎖につき平均2~7個の部分エステル化したペンタエリスリトール単位を含む混合物を提供する。

本発明の第2態様では、ペンタエリスリトール 1モルにつき炭素数6~18の飽和または不飽和 脂肪酸 0.5~2.5 モルでペンタエリスリトールをエステル化し、該部分エステル化したペンタエリスリトールを縮合して、部分エステル化したペンタエリスリトール1 モルにつき水 0.5~0.85 モルを除去することから成るオリゴマーの製造されるオリゴマーの製造されるオリゴマーのように、部分エステル化したペンタエリスリトール1 モルにつき水 0.5 モルが除去 エリスリトール1 モルにつき水 0.5 モルが除去 エリスリトール発基を含む生成物が得られるが、部分にエステル化したペンタエリスリトール1 モルにつき水 0.85 モルが除去された場合には、「平均」生成物が7個のペンタエリスリトール2 を含む生成物が7個のペンタエリスリトール残基を含む生成物が7個のペンタエリスリトール残基を含む生成物が得られる。

縮合反応によつて次の典型的を式:

(式中、Rは炭素数5~17の直鎖飽和または不飽和のアルキル基、Xは水素またはRC(O)を意味する、但しX基の少なくとも1個は水素を意味し、mは0~5の平均値である。)のオリゴマーを得る。本発明による生成物には、種々の鎖長のオリゴマーの混合物があるが、平均鎖長を中心とするオリゴマー鎖長の分布は典型的に正常分布に従うものである。

本発明による等に望ましい組成物はmの平均値が1である組成物である。すなわち、部分的にエステル化したペンタエリスリトール1モルにつき水 0.6 6モルが脱離することによつて得られる生成物である。ペンタエリスリトールオリゴマーのエステル化度は通常 1 2.5~6 2.5 %の範囲、好ましくは 2 5~5 0 %の範囲である。

本発明による生成物は、ペンタエリスリトール 1 モルにつき脂肪酸 0.5 ~ 2.5 モルを用いて、炭 素数 6 ~ 1 8 の直鎖飽和または不飽和脂肪酸によ つてペンタエリスリトールを最初に部分的にエス テル化することによつて製造する。本発明によつ

35

て用いられる典型的な脂肪酸はラウリン酸、ミリ スチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイ ン酸及びこのような酸の混合物である。エステル 化は、適当な酸触媒の存在下で共沸的に反応水を 除去するような適当な溶媒中で行う。反応は通常 150~200℃の温度において行われる。適当 な溶媒は、水と共沸混合物を形成し、上記範囲の 反応温度を実現させるような、ペンゼン、トルエ ン、キシレンまたはその他の溶媒である。適当な 触媒の例はp~トルエンスルホン酸、オクタン酸 第一スメ、または他の充分に熱に安定なルイス酸 またはプレンステッド酸である。しかし、この部 分的エステル化が或る場合には、水を除去するた めのキャリヤ溶媒を必要とせずに行われることを 我々は発見した。触媒としてカートルエンスルホ ン酸のような高当量酸を用いた場合には、この触 媒を溶媒と共に存在する触媒として記載されてい る量以上に過剰に用いると、溶媒の使用を避ける ことが可能である。また、この代りに、硫酸のよ うな低当量酸の接触反応量を用いることもできる。

しかし、メタンスルホン酸またはメタンスルホン酸と次亜リン酸の混合物のような、他の便利な酸を用いて、接触反応を行わせることもできる。次に、部分的にエステル化されたペンタエリスリトールを、部分的なエステル化に用いた条件と同じ条件下で連続処理することによつて縮合させて、オリゴマーを形成する。

mの平均値が1であり、脂肪酸が炭素数12~
18、好ましくは12~16のものである、ペンタエリスリトール部分エステルのオリゴマーはクリーム及びローション製剤のモイスチャライザー及び皮膚軟化剤(emollient)として特に有効である。なお、液状であるオリゴマー生成物が扱いやすい。オリゴマー生成物はリップステインク及び固形石ケンにも有用である。このようなオリゴマーが意外にも有利な水分調節性(moisturization)及び皮膚軟化性を有することを殺々は発見した。本発明によるオリゴマー混合物、特に炭素数6~12の脂肪酸エステルのオリゴマー混合物は潤滑性及び防食性をも有している。このようなは潤滑性及び防食性をも有している。このような

組成物は水を基剤とするまたは油を基剤とするものであり、本発明によるオリゴマー混合物を典型的に0.5~20重量%、より一般的には1~10重量%を含有する。防食性組成物は酸、アルカリ、塩及び酸化剤に対する保護を与えるために有効である。

クリーム及びローション製剤は通常乳化剤を含有する。適当な乳化剤は、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸及びバルミチン酸のアミン塩(例えばトリエタノールアミン塩(例えばトリエタノールアミン塩(例えばトリエタノールアミン塩(例えばトリエタノールのような、炭素数12~20の脂肪酸とグリセロールのエトキシレート及びプロポキシレートのような炭素数12~20のポリアルコキンル化脂肪族アルコキンレート及びアルキレンオキシド単位1~20を有するドステル(例えばポリエトキンレート及びポリアトコキンレート)である。

このような組成物はグリセロール、ソルビトール及び例えばプロピレングリコールのような C₂~ C₄アルキレングリコールのような湿潤剤をも含有することができる。

本発明のオリゴマー混合物を含有するクリーム及びローションの両方がかなりの量の水分を含有する。組成物の実際の物理的性質は乳化剤対水の比に依存する。本発明の組成物が組成物の安定なクリーム形態を保証するために、先行技術の水分調節性組成物に比べて少量の乳化剤の存在を必要とするにすぎないことを我々は発見した。本発明によるスキンローションは65~85重量%の水分を含有するがクリームは50重量%以下の水分を含有する。

てのような組成物はさらに皮膚軟化剤のような 成分を含有することもできる。この目的のために、 等に水分調節性ローションには例えばアセチル化 ラノリンアルコール、イソプロピルミリステート、 イソプロピルパルミテートまたは鉱油を用いるこ とができる。しかし、本発明のオリゴマーの皮膚 軟化性を考慮して、本発明の組成物中に存在する このようを皮膚軟化剤の量は先行技術のコンパン ドに比べてかなり減じられる。例えば、本発明に よる水分調節性クリーム中に存在するこのような 皮膚軟化剤の量を5重量%またはそれ以下に減ず ることができる。

このような組成物に通常用いられる添加剤を含有 し得る。

例えば、リップスティック、固形石ケン及びメークアップ・ファンデーション組成物を本発明によって製造することができる。リップスティック 超成物は典型的に、みつろう、カルナパろう及び カンデリアろうのような皮膚軟化引と共に合うな皮膚軟化した類料で含ま液 で含有する。ファンデーションメークアップはステーションメークアップがは、自己乳化性ワックス;イソプロピルステートのような皮膚軟化剤;ならびに乳濁剤及び平りに、カウスでで、乳濁剤及び二酸化チタンのような顔料を含有する。

本発明によるオリゴマー混合物を用いた組成物は典型的に、部分的にエステル化したペンタエリスリトールのオリゴマーを2~10重量%、好ましくは25~5重量%含有する。

テル形成をもたらす水を除去する。さらに12mlの水が除去された時に、反応混合物を100℃以下に冷却し、ナトリウムメトキシドの25%メタノール溶液20gを加えて触媒を中和する。次に、200℃の最大温度、真空下においてメタノールとキシレンを留去する。生成物を80℃に冷却してフラスコから注ぎ出す。室温まで冷却した後に、生成物は濁つた粘性の黄色液体である。

#### 実 施 例 2

生成物を実施例1と同じ方法によつて製造する。 但し、ラウリル酸/ミリスチン酸対ペンタエリス リトールのモル比を1.66:1.0にする。この生 成物も濁つた粘性の液体である。

#### 実 施 例 3

ラウリン酸/ミリスチン酸:ペンタエリスリトールのモル比1.0:1.0を用いて、実施例1の方法によつて生成物を製造する。生成物は濁つた粘性の液体である。

#### **実施例4**

ラウリン酸/ミリスチン酸混合物の代りに85

本発明を次の実施例によつて説明する(%は全 て重量%を表す)。

#### \_ 実 施 例 1

温度計、撹拌機、遺流冷却器及びディーン-スターク・トラップを装備したフラスコに、ラウリン酸/ミリスチン酸(71/29)混合物(277.0g、1.33モル)、キシレン(60g)及びp-トルエンスルホン酸(1.7g)を装入する。撹拌しながら60℃に熱し、全反応過程間に緩慢な窒素流を混合物に通してバブルさせる。

60℃においてペンタエリスリトール(136.0 8、1.0 モル)を加え、約1時間にわたつて190 ~195℃までに加熱する。ペンタエリスリトールは約180℃で昇華を開始するので、温度をあまり速い速度で高めないように注意しなければならない。温度上昇速度を適当に制御することによって、この昇華を実際に避けることができ、理論量の水(24元、1.33モル)を190℃以上で捕集することができる。

望ましい温度に達した時に、煮沸を続けてエー

%ステアリン酸を用いた点以外は実施例1と同じ 方法によつて、生成物を製造する。この生成物は 硬い、クリーム色の固体である。

### 実 施 例 5

ラウリン酸/ミリスチン酸混合物の代りにラウリン酸を用いて、実施例1の方法によつて生成物を製造する。生成物は濁つた、粘性の液体である。 実施例6

ラウリン酸/ミリスチン酸混合物の代りにオレイン酸を用いて、実施例1の方法によつて生成物を製造する。生成物は暗色の液体である。

#### 実 施 例 7

実施例1の方法によつて生成物を製造する。但し、キシレンを用いず、またはカートルエンスルホン酸の代りに硫酸(1.7g)を用いる。生成物は濁つた、粘性の液体であり、上記の種々な製剤中でのこの生成物の性能を実施例1によつて製造した生成物のものと識別することは不能である。

#### **実施例8**

クレンジングクリーム

#### 特開昭60-239440(6)

|   |                                 | A     | <u>B</u> |
|---|---------------------------------|-------|----------|
| I | 実施例 1 の生成物                      | 4.0   | _        |
|   | トリペンタエリスリト―ルテトララウレート<br>/ミリステート | _     | 4.0      |
|   | 鉱油                              | 1 0.0 | 10.0     |
|   | Cerasynt SD¹(VAnDYK&CO)         | 5.0   | 5.0      |
|   | ステアリルアルコール                      | 0.5   | 0.5      |
|   | セチルアルコール                        | 0.5   | 0.5      |
| I | <b>∱</b>                        | 7 1.2 | 7 1.2    |
|   | $Veegum\ HV^2(R.T.Vanderbilt)$  | 0.5   | 0.5      |
|   | キサンタンゴム (kelco)                 | 0.8   | 0.8      |
| Ш | MIRANOL C2M-SF CONC             | 7.5   | 7.5      |

評価:4名から成るパネルにこれらの生成物をそのきめ(Textile)、吸収性及び皮膚への 感触について評価するように要請した。B よりもAが選択された(4:0)。

実 施 例 9

湿度調節性ローション

- 1. グリセリルモノステアレート
- コロイド状ケイ酸アルミニウムマグネシウム・シックナー

方法:混合物 I を 7 5 ℃ に加熱した。混合物 II を 均質になるまで撹拌しながら、 8 0 ℃ に加 無した。撹拌しながら、 II を I に加え、 次 に II を加えた。均質になるまで撹拌を続け、 次に組成物を冷却させた。

|   |  | A            | В            |       | D     | E     |
|---|--|--------------|--------------|-------|-------|-------|
| I | 実施例1の生成物(バンチ1)                         | 5.0          |              | -     |       | _     |
|   | 実施例1の生成物(パッチ2)                         | _            | _            | _     | 5.0   | _     |
|   | トリペンタエリスリトール・テトララウレート/ミリステート           | <del>-</del> | 5.0          | -     | _     |       |
|   | グリセリン                                  |              | <del>-</del> | 5.0   | _     |       |
|   | Super Sterol Ester (Croda)             | -            | _            | _     | _     | 5.0   |
|   | Arlacel 1651 (ICI Americas)            | 6.0          | 6.0          | 6.0   | 6.0   | 6.0   |
|   | 鉱油                                     | 3.0          | 3.0          | 3.0   | 3.0   | 3.0   |
|   | ステアリン酸                                 | 2.0          | 2.0          | 2.0   | 2.0   | 2.0   |
|   | Acetol <sup>2</sup> (Emery Industries) | 1.0          | 1.0          | 1.0   | 1.0   | 1.0   |
| 1 | ж                                      | 7 8.5        | 7 8.5        | 7 8.5 | 7 8.5 | 7 8 5 |
|   | Veegum HV                              | 0.5          | 0.5          | 0.5   | 0.5   | 0.5   |
|   | プロピレングリコール                             | 3.5          | 3.5          | 3.5   | 3.5   | 3.5   |
|   | トリエタノールアミン                             | 0.5          | 0.5          | 0.5   | 0.5   | 0.5   |

- 1 グリセロールモノステアレート+ポリオキシエチレンステアレート
- 2 アセチル化ラノリンアルコール

方法:混合物 I と B を別々に75℃まで加熱した。混合物 I に撹拌しながら、混合物 I を加えた。均質になるまで 混合を続け、次に調合物を冷却させた。

評価:上記の性能基準に関して; 5 名のパネルは次のような評価を与えた: A>D>B>C 、E

#### 特開昭60-239440(フ)

#### 実施例 10

#### ナイトクリーム

|   |   | _ <u>A</u> _ | <u>B</u> | <u>_C</u> |
|---|---|--------------|----------|-----------|
| I | 実施例1の生成物(バツチ1)                                    | 4.0          | _        |           |
|   | 実施例1の生成物(バツチ2)                                    | _            | _        | 4.0       |
|   | トリペンタエリスリトールテ<br>トララウレート/ミリステー<br>ト               | -            | 4.0      |           |
|   | 鉱油  | 25.0         | 25.0     | 25.0      |
|   | Arlacel 165                                       | 6.0          | 6.0      | 6.0       |
|   | イソプロピルミリステート                                      | 5.0          | 5.0      | 5.0       |
| П | セチルアルコール  | 0.5          | 0.5      | 0.5       |
|   | 水   | 487          | 4 8.7    | 4 8.7     |
|   | Carbopol 934 <sup>1</sup> -3%溶<br>液(B.F.Goodrich) | . 5.0        | 5.0      | 5.0       |
|   | プロピレングリコール  | 5.0          | 5.0      | 5.0       |
|   | トリエタノールアミン  | 0.8          | 0.8      | 8.0       |
|   |   |              |          |           |

1 ポリアクリル酸

方法:混合物 I と I を別々に加熱した。次に、混合物 I に撹拌しながら混合物 II を加え、こ

れに混合物Ⅱを加えた。均質になるまで撹拌を続け、次に生成物を冷却させた。

評価:前記の性能特性に基づいて、5名のパネル は次のような評価を与えた:

A , C > B .

#### 実 施 例 11

#### 湿度調節性クリーム

|   | -                     | <u>A</u> | <u>B</u> | <u>C</u> |
|---|-----------------------|----------|----------|----------|
| 1 | 実施例1の生成物(バッチ1)        | 4.0      | _        | _        |
|   | 実施例1の生成物(バッチ2)        | _        | 4.0      | . —      |
|   | グリセリン                 | -        |          | 4.0      |
|   | 鉱油                    | 3.5      | 3.5      | 3.5      |
|   | イソプロピルミリステート          | 2.0      | 2.0      | 2.0      |
|   | プロピレングリコールジペラルゴネート    | 1.0      | 1.0      | 1.0      |
|   | Arlacel 165           | 5.0      | 5.0      | 5.0      |
|   | みつろう                  | 2.0      | 2.0      | 2.0      |
|   | ステアリン酸                | 1.0      | 1.0      | 1.0      |
|   | ステアリルアルコール            | 0.5      | 0.5      | 0.5      |
|   | Dow Corning Fluid 200 | 0.5      | 0.5      | 0.5      |

|   |                       | A_    | B     | C   |
|---|-----------------------|-------|-------|-----|
|   |                       |       |       |     |
| 1 | 水                     | 6 8.7 | 6 8.7 | 687 |
|   | プロピレングリコール            | 3.5   | 3.5   | 3.5 |
| ш | Carbopol 934 3%<br>溶液 | 7.5   | 7.5   | 7.5 |
|   | トリエタノールアミン            | 0.8   | 0.8   | 0.8 |

方法:混合物 『と』を別々に75℃まで加熱した。 撹拌しながら、混合物 』を混合物 』に加え、 次にこれに成分 』を加えた。均質になるま で撹拌を続け、生成物を冷却した。

評価:前記の性能基準に基づいて、5名のパネルは次のような評価を与えた。 A>B(わずかに)>>C.

#### 実 施 例 12

#### 湿度調節性ローション

|   |            | _ <u>A</u> _ | <u>B</u> | <u>C</u> |
|---|------------|--------------|----------|----------|
| I | 実施例3の生成物   | 5 0          | -        | -, ,     |
|   | 実施例 2 の生成物 | · _          | 5 0      | _        |

|   | 実施例1の生成物(バツチ1) | -     | _     | 5.0   |
|---|----------------|-------|-------|-------|
|   | Arlacel 165    | 6.0   | 6.0   | 6.0   |
|   | 鉱油             | 3.0   | 3.0   | 3.0   |
|   | ステアリン酸         | 20    | 2.0   | 2.0   |
| I | Acetol         | 1.0   | 1.0   | 1.0   |
|   | 水              | 7 8 5 | 7 8.5 | 7 8.5 |
|   | Veegum HV      | 0.5   | 0.5   | 0.5   |
|   | プロピレングリコール     | 3.5   | 3.5   | 3.5   |
|   | トリエタノールアミン     | 0.5   | 0.5   | 0.5   |

方法:混合物 I と I を別々に 7 5 ℃まで加熱した。 撹拌しながら、混合物 II を混合物 I に加え た。均質になるまで混合を続け、次に組成 物を冷却させた。

評価:前記の基準を用いて、4名のパネルは次の 評価を与えた:

· C>B(わずかに)>A

代理 人 弁理士 湯 浅 恭 三量

第1頁の続き

@Int\_Cl\_4

識別記号

庁内整理番号

// C 09 K 15/06 C 10 M 129/76 C 10 N 30:06 30:12

7003-4H 6692-4H 8217-4H 8217-4H

明 79発 者 ジョセフ・エム・ラリ アメリカ合衆国ニユージヤージー州オールド・ブリツジ。

7

グレン・アベニユー 14

Œ

昭和60年3月11日

学殿 特許庁長官 志 賀

1. 事件の表示

昭和 bo 年特許願第 /b359 号



2.発明の名称

部分的にエステル化したペンタエリスリトール・ オリゴマーの流合物、その製造方法及び用途

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所

ミラノル・ケミカル・カンパニー・ 名称 インコーポレーテッド

4. 代 理

東京都千代田区大手町二丁目2番1号新大手町ご206号室(電話270-6641 住 所

(2770) 弁理士 湯 浅 恭 三山縣 氏 名

5. 補正の対象

タイプした明細書

60. **3**.12

6.補正の内容

別紙の通り(なお、書面の内容には変更なし)